

Optical crossbar exchange arrangement.

Patent Number: ☐ EP0541300, A3
Publication date: 1993-05-12
Inventor(s): WHITAKER NORMAN ASHTON JR (US); HUANG ALAN (US)
Applicant(s): AMERICAN TELEPHONE & TELEGRAPH (US)
Requested Patent: ☐ JP6078347
Application Number: EP19920309949 19921030
Priority Number(s): US19910787989 19911105
IPC Classification: G02F1/35; H04Q11/00
EC Classification: H04Q3/52P, G02F1/35C2L
Equivalents: JP2609790B2
Cited Documents: JP2193126

Abstract

An optical crossbar exchange arrangement is implemented using a modified Sagnac switch (110). During the absence of a control signal (CONTROL SIGNAL 1), two separately numbered inputs (IN1, IN2) are coupled to the same numbered outputs (OUT1, OUT2) of the Sagnac switch, (i.e. IN1 to OUT1, etc). During the presence of the control signal each of the two numbered inputs are switched and are coupled to a

different numbered output (e.g., IN1 to OUT2, IN2 to OUT1). 

Data supplied from the esp@cenet database - l2

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 昭60-78347

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)5月4日

G 01 N 30/16
B 01 D 15/08

7621-2G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 オンカラム注入装置

⑯ 特 願 昭59-188249

⑰ 出 願 昭59(1984)9月10日

優先権主張 ⑱ 1983年9月9日 ⑲ イタリア(IT) ⑳ 22875B/83

㉑ 発 明 者 ファウスト・ムナーリ イタリア国ミラノ市コルソ・ロディ59

㉒ 発 明 者 ジョバンニ・オースタ イタリア国ミラノ市ピア・デイ・ラウーリア20
ン

㉓ 発 明 者 カルロ・サラバーレ イタリア国ミラノ市ピア・マロスチーカ29

㉔ 出 願 人 カルロ・エルバ・スト イタリア国ミラノ州ロダーノ20090

ルーメンタデオーネ・

エセ・ビ・ア

㉕ 代 理 人 弁理士 木村 正巳

最終頁に続く

明 細 書

1 発明の名称

オンカラム注入装置

2 特許請求の範囲

1 ガスクロマトグラフ分析機のオンカラム注入装置において、一方の端が注入シリンジ針導入路と同軸的に注入装置本体に固着されると共に、他端が、キャピラリーガスクロマトグラフカラムの先端部が挿入され、かつ流体密封される軸上の孔及び気化試料を分割するための少なくとも1つの孔を有するインサートによつて閉止される管状部材形の補助装置を包含し、前記管状部材は、熱媒との熱交換関係にある気化管を收容すると共に、前記注入シリンジ針導入路及び前記インサートの孔に接続され、前記ガスクロマトグラフカラムの先端部を受容することを特徴とする、オンカラム注入装置。

2 特許請求の範囲第1項記載の注入装置において、前記インサートの分割用の孔の近くの域を直接又は間接に加熱するようにしてなる、注

入装置。

3 特許請求の範囲第1項記載の注入装置において、前記加熱手段が前記気化管の周囲に巻付けられかつ電極により電流が供給される電気抵抗でなる、注入装置。

4 特許請求の範囲第1項記載の注入装置において、前記加熱手段が前記補助装置の管状部材を加熱するための手段を包含してなる、注入装置。

5 特許請求の範囲第1項記載の注入装置において、前記気化管が、管自体の軸に向つて突出すると共に、段違いにかつ対向する一連の突起が形成された内壁を有してなる、注入装置。

6 特許請求の範囲第1項記載の注入装置において、前記管状部材の内側壁と前記気化管との間に、一方の端で制御された温度の流体源に接続された注入装置ダクトと連通すると共に、他の端で前記注入装置が固着されるオープンと連通する中空空間を設けてなる、注入装置。

7 特許請求の範囲第6項記載の注入装置にお

いて、前記管状部材の上端部が、カラムに同軸であつてかつダイレクト非気化式注入装置に通常存在する冷却流体の収集室を形成する小管の代りに、注入装置本体の凹部に適合する形状を有してなる、注入装置。

8 特許請求の範囲第1項記載の注入装置において、ガスクロマトグラフカラムが挿入される前記管状部材の端部に、気化試料分割用の孔以外に、弁を介してキャリアーガス源に接続された第1のダクトと連通する第2の孔を形成してなる、注入装置。

9 特許請求の範囲第8項記載の注入装置において、前記第1の孔が、前記弁の下流において、調節可能なネックを具備する第2のダクトによつて、オンカラム注入装置にキャリアーガスを導入するための第3のダクトに接続されてなる、注入装置。

10 特許請求の範囲第8項又は第9項記載の注入装置において、前記注入装置本体が、気化管の上端とキャリアーガスを導入するための第3

のダクトとの間に、シリンジ針導入路に続くと共に弁システムによつて制御される第4の排出ダクトを有してなる、注入装置。

11 特許請求の範囲第10項記載の注入装置において、前記弁システムが、排出流量を制御するニードル弁及びカットオフ弁を包含してなる、注入装置。

3 発明の詳細な説明

発明の背景

産業上の利用分野

本発明は、ガスクロマトグラフキャピラリーカラムに、分析すべき試料を注入するための注入装置に係わり、さらに詳述すれば、非気化式ダイレクトオンカラム型注入装置に係わる。この注入装置は、補助装置を包含し、これにより、試料がキャピラリーカラムに移動する以前に溶媒を除去するために使用できると共に、気化試料の分割を要求する希釈不可の試料又は濃縮溶液について気化式の注入を行なうためにも使用できる。

従来の技術

本願出願人に係る米国特許第4,269,608号によれば、ガスクロマトグラフカラムの直上において、気化することなく、分析すべき試料の注入を行なうための注入装置が知られている。

この注入装置は、弁により閉止される注入シリンジ針導入用ダクトを包含し、このダクトの下方部はガスクロマトグラフカラムの端部を收容する。

ガスクロマトグラフカラムの端部は、カラムと同軸であつてかつ注入装置本体にねじ止めされた小管によりオーリングを介して所定位置に維持された前記ダクトに流体接続される。上記特許の記載によれば、小管はカラム先端部周囲のジャケットを形成し、このジャケットとカラムとの間の空間に制御された温度の流体が供給される。

米国特許第4,383,839号によれば、ガスクロマトグラフキャピラリーカラムにおける液状試料の気化式注入法も公知である。この方法は、(a)液状試料を、固定相液体(又は不動化相)を收容しない試料気化管の先端部位に注入し(全注入工程中、試料は液状に維持される)、(b)気化管を加熱する

と共に、キャリアーガスを供給して、気化試料を移動させ、(c)気化試料とキャリアーガスとの混合物の一部をスプリッターにより分岐して、残部をクロマトグラフ分離用の固定相液体を收容するガスクロマトグラフカラムに供給するものである。

気化管は無くてもよく、又試料が液状である際にはこれを保持しかつ気体になつた際にこれを放出するために、気化管内にガラスウールを充填してもよい。事実、ガラスウールは液状の試料に対して不透過性であり、試料が気体状である場合には透過性となる。

発明が解決しようとする問題点

本発明の目的は、非気化式ダイレクトオンカラム注入装置、たとえば前記米国特許第4,269,608号に記載された如き形式の注入装置ではあるが、前記米国特許第4,383,839号に記載された形式の方法の実施にあつても、この注入装置の使用を可能にする補助装置を包含する注入装置を提供することにある。

本発明の他の目的は、上記特徴を有する補助装

置を包含する注入装置であつて、極めて極性の高い試料の場合であつても、試料が液状の際には気化管内にこれを保持し、気体状にされた際には試料を放出させうる（一般には、かかる効果を得るためには、前記ガラスウールが使用されるが、ガラスウールの使用は、みかけ容積が大きいこと及び完全に脱活性化することが困難であることによる欠点があつた）注入装置を提供することにある。

さらに本発明の他の目的は、上記の形式の補助装置をもつ注入装置であつて、注入操作中及び気化操作以前のいかなる場合にも、分析すべき試料中に存在する揮発性成分を除去でき、これにより、試料中の重質成分のみを分析することを可能にする注入装置を提供することにある。

問題点を解決するための手段

上記目的は、一方の端が注入シリンジ針導入路用と同軸的に注入装置本体に固着されると共に、他端が、キャピラリーガスクロマトグラフカラムの先端部が挿入されかつ流体密封される軸上の孔及び気化試料を分割するための孔を有するインサ

ートによつて閉止される管状部材を包含する補助装置を有し、前記管状部材は、熱媒との熱交換関係にある気化管を収容すると共に、注入シリンジ針導入路及びインサートの孔に流体接続されてなるオンカラム流入装置によつて達成される。

特に、気化管は、管自体の軸に向つて突出すると共に、段違いにかつ対向する一連の内側突起を有し、試料が液状の際には、これを保持しうる。

さらに、ガスクロマトグラフカラムの先端部が受容される管状部材の端は、気化試料の分割を行なうために必要な孔以外に、弁を介してキャリアガスラインに接続されるダクトと連通する第2の孔を有する。このダクトは、さらに、前記弁の下流で、調節可能なネックを具備する部材により試料キャリアガス導入ダクトと接続される。弁は三方弁であり、ガスラインを、オンカラム注入装置へのキャリアガス導入ダクト又は管状部材へ続くダクトに選択的に接続することができる。

管状部材の前記第2の孔のため、分析すべき試料の注入の間及びキャピラリーカラムに移動され

る試料の一部を気化する以前のいかなる場合にも、この第2の孔を介して、ガスクロマトグラフカラムにおける試料導入の方向とは逆の方向で流動するガス流と試料とを遭遇させるようにキャリアガスを管状部材に導入することができる。なお、前記ガス流は、注入装置本体に設けられかつカットオフ弁及び制御弁を具備する適当な排出ダクトによりオンカラム注入装置から排出される試料中の揮発成分を^選ぶ。

好適な具体例

第1図を参照して述べる。たとえば、前記米国特許第4,269,608号に記載されているものの如き注入装置1は弁（図示せず）によつて開閉される注入シリンジ針導入路となるダクト2及びキャリアガス導入用ダクト1'を包含する。注入装置の下方部はダクト2に共軸の突起3を有し、これにより、特に好適には溶融シリカにより作成されたガスクロマトグラフキャピラリーカラム5を収容するオープン^選の壁4に注入装置を固着できる。

突起3はダクト2に共軸的なねじ切りされた凹

部6を有し、ここにダクト2及びダクト6'が開口している。後者のダクトは、温度制御された流体源（たとえば空気）と連通し、弁6'により制御される。

公知の具体例では、ねじ切りされた凹^部6に、カラムの端部と同軸の小管がねじ止めされ、ダクト6'からの温度制御された流体用の収集室を形成する。

本発明によれば、このねじ切りされた凹部6には、管状部材7によつて形成される補助装置8が、前記従来例における小管の代りに、ねじ止めされている。この管状部材7の下方端には、半径方向の2つの孔10及び10'及び軸方向の孔11を有するインサート9がねじ止めされ、ここに、ガスクロマトグラフカラム5の先端部が挿入され、ガスケット9'及びロックナット9''により流体密封されかつ機械的に係止される。

管状部材7の内側には、気化管12が配置され、この気化管の上端は注入装置のダクト2に挿入され、管状部材自体により注入装置本体に対して押

圧されたO-リング13によつて流体密封される。管12の下端はインサート9の軸方向の孔11内に挿入され、ガスケット14により流体密封される。特に、管状部材7の下方端は、絶縁材料、たとえばVespel（登録商標）でなるワッシャ23（これに対し、インサート9によりガスケット14が押圧される）を保持しうるショルダー部22が設けられたねじ切り凹部21を有する。

インサート9の2つの半径方向の孔10及び10'のうちの前者はダクト10''と連通して気化試料の分割を行なうようになつており、後者（孔10'）は三方弁29（ダクト1'も接続される）を介してキャリアーガス源に接続されたダクト10'''と連通する。さらに、ダクト1'と10'''とは、弁29の下流において、調節可能なネック31を具備するダクト30により、相互に接続される。気化管12の内部にはガラスウールが収容されるか、又は注入位置の下流の位置Aからカラム5の開口端の上流の位置Bまでの中間域に、管自体の軸に向つて突出すると共に段違いにかつ相互に

対向して、注入された試料のジグザグな通路を形成する一連の突起20が設けられる。この突起20は、試料が液状の場合には管12内に試料を保持し、気化される以前にガスクロマトグラフカラムへ試料が侵入することを阻止する。

管状部材7の内側壁と気化管12との間には、1又はそれ以上の孔16を介して前記凹部6と連通し（これより、凹部自体に接続するダクト6'と連通する）かつ1又はそれ以上の孔17を介してオープンに連通する中空空間15があり、これにより、気化管¹²は、ダクト6'から導入されかつ孔17から排出される流体により制御された熱作用を受ける。この流体は一般的には管12を冷却するためのものであるが、試料気化用の熱流体を導入することもできる。しかしながら、後者の目的のためには、図示する如く、気化管12の周囲に巻き付けられかつ小形金属シリンダ24（これ自体、部材7の軸方向の上方通路にハンダ付けされている）にハンダ付けされた1つの端をもつ電気抵抗18を使用することが賢明である。抵

抗18の他端は、リング23及び特殊な形状の絶縁ガスケット27の間に固定された小形金属シリンダ25にハンダ付けされ、他の電極28はいずれかの位置でアースされる。

最後に、注入装置本体1は、気化管12の上流のダクト2に挿入されかつ排出量を制御する第1の弁32'及びダクトの開閉を制御する第2の弁32''を有する排出用ダクト32を具備する。

管状部材7は注入装置1に固定され、ガスクロマトグラフカラムの先端部は、インサート9を介して、気化管12に接続され、特に、カラムは、その自由端により、気化管12の下方部に真直に挿入される。

第2図及び第3図は本発明の他の具体例を示す。この具体例では、気化管12は、熱伝導に適する材料、たとえば金属材料でなる管状部材40内に収容される。この管状部材は、管状の絶縁シース42内に収容された複数個の抵抗44によつて加熱される。分割部位を加熱するため、直接又は間接の加熱手段を設けることもできる。

揮発性物質の除去（バックフラッシュ）を行ない又は行なうことなく注入を実施するためには、以下の操作が行なわれなければならない。

注入装置のダクト2を開閉するための弁（図示せず）を開け、気化管12の上方部に、ダクト2を介して、分析される液状試料を収容する注入シリンダ針を挿入する。

試料を管12に注入し、シリンダ針を抜き出し、ダクト2を制御する弁を閉じる。管12内に挿入されているガラスウール又は管壁の突起20は、液状の試料がカラム内に侵入することを阻止する。一方、注入の間、管12の温度を、ダクト6'に導入されかつダクト17から排出される冷却流体によつて、試料が気化しないような値に維持する。必要であれば、管12を加熱して、バックフラッシュ又はスプリッティング（分割）により、分析に關与しない一定の軽質試料成分を排除する。

この部位において、冷却中断後、たとえば電気抵抗18により、試料が完全に気化されるまで、気化管12を加熱する。ダクト1'を介して注入装

図ダクト2に流入するキャリアーガスを気化管20に供給し、気化試料をガスクロマトグラフに向つて移動させる。気化試料及びキャリアーガスでなる混合物の一部をカラム5の外部に分岐し、インサート9のダクト10を介して排出し、これにより、気化試料の一定量のみをカラムに供給する。特に、ダクト10により分岐される混合物の量の割合は、管12の温度に応じて、このダクトにおける流量及びダクト10に接続する制御弁33及びカットオフ弁33'を介してのダクトの開閉を制御することにより決定される。もちろん、スプリットレス式注入は、弁33'を閉じて操作することにより達成される。

分析終了時には、管12を急速に冷却するために、冷却用ガス、たとえば空気を、注入装置ダクト7を介して、管状部材の中空空間15内に導入する。このガスは管12を包囲した後、管状部材の下方部に設けた孔17を介してオープン内に流入する。

分析すべき試料がガスクロマトグラフカラムに

流入してはならない揮発性物質を含有する場合に、試料の注入の間及び試料の気化前に、ダクト10'''に不活性ガスを供給する。さらに詳述すれば、試料を注入するためにシリンジ針をダクト2内に導入する際、弁29をダクト10'''のみが不活性ガス源と連通するように調節し、弁31を調節してダクト10'''をダクト1'に接続すると共に、排出ダクトの弁32'を開く。ダクト10'''に送られたキャリアーガスはインサート9の孔10'から入り、一部はガスクロマトグラフカラムにかつ一部は管12に入る。

ダクト10'''に導入されたキャリアーの少量部分はダクト30及びネック31を通り、ダクト1'に流入する。この点で、試料が管12に注入され、ここでダクト10'''を介して流入する対向不活性ガス流と遭遇する。このようにして、試料中に存在する揮発性に富む物質は、キャリアーガスにより、ガスクロマトグラフカラムへの試料の導入方向と逆の方向に向つて移動され、弁32'(たとえばニードル弁)の制御によりダクト32を介して

注入装置から外部に送られる。ダクト1'から入った不活性ガスの少量部分は、揮発性物質がダクト1'自体に入ることを阻止する。

試料の最も重い成分は、インサート9の孔10'から入り、試料の揮発性物質を移動させるキャリアーガス流と遭遇する際、管12の突起により保持される。試料中に存在する揮発性物質の除去が終了し、試料の気化が始まった時、キャリアーガスのみがダクト1'に流入するように弁29を調節し、排出ダクトの弁32'を閉じる。ダクト10'''についてはダクト1'と連通した状態に保ち、これによりダクト1'に流入するキャリアーガスの一部がインサート9の半径方向の孔10'から排出され、気化試料がダクト10'''に入るのを阻止する。

調節可能なネック31は、試料中に存在する揮発性物質の除去の間にダクト1'において及び気化及びガスクロマトグラフカラムへの試料の注入の間に半径方向の孔10'において、交互に流体キャップを発生させるために必要なガス流量を制御するものである。

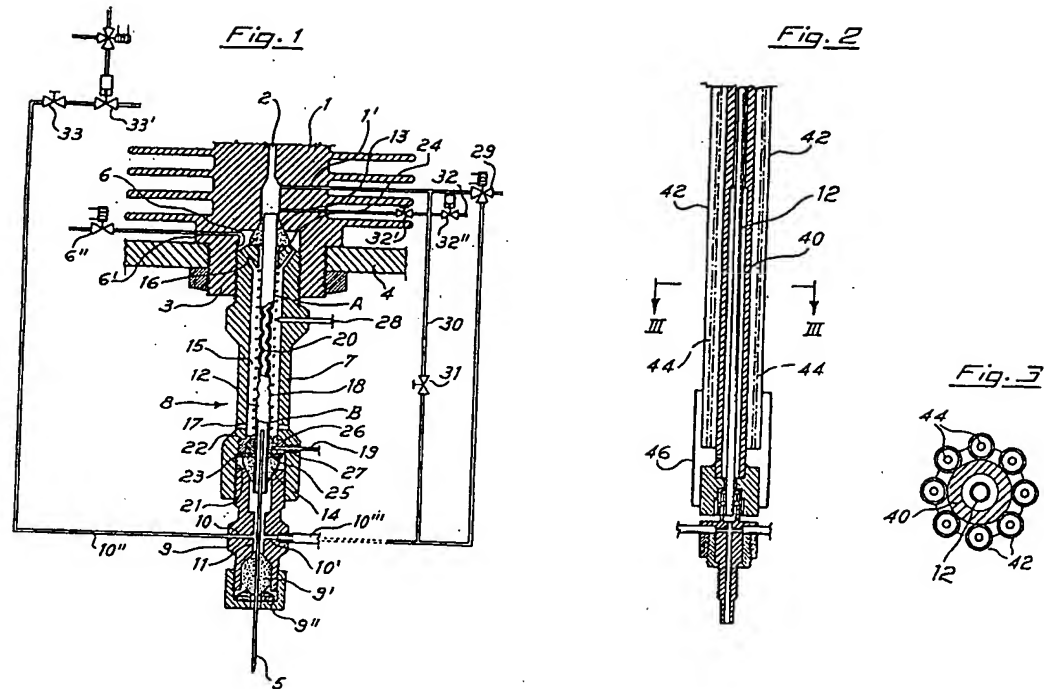
4 図面の簡単な説明

第1図は、気化補助装置を具備すると共に、分析すべき試料中に存在する揮発性成分の除去システムを有する本発明によるオンカラム注入装置の断面図、第2図は本発明による気化補助装置の他の具体例の断面図、第3図は第2図の線I-Iに沿った断面図である。

1・・・注入装置、2・・・注入装置ダクト、5・・・ガスクロマトグラフキャピラリーカラム、7・・・管状部材、8・・・補助部材、9・・・インサート、12・・・気化管、20・・・突起。

代理人 木村正巳





第1頁の続き

優先権主張

⑦発明者

⑧発明者

⑨1984年6月29日⑩イタリア(I T)⑪22432B/84

ブルーノ・トージ

イタリア国ミラノ市ベラーノ・ブリアンザ、ピア・ナザー
リオ・サウロ12

ソーラン・トレスチア
ーヌ

ベルギー国ブリュッセル市アブニユ・メルキユール15